



PENGARUH METODE PENCAMPURAN PADA PEMBUATAN KOMPOSIT KITOSAN-ZEOLITE-Fe TERHADAP PELEPASAN Fe(III)

The Effect of Mixing Method on Preparing Chitosan-Zeolite-Fe Composites on Fe(III) Release

Ratu Fazlia Ina Rahmayani^{1,*}, Yateman Arryanto² dan Indriana Kartini²

¹Jurusan Pendidikan Kimia, Fakultas KIP, Universitas Syiah Kuala
Jl. Tgk. Hasan Krueng Kalee, Darussalam, Banda Aceh 23111, Indonesia

²Departemen Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Gadjah Mada
Sekip Utara, Bulaksumur, Yogyakarta 55281, Indonesia

* Untuk korespondensi: Tel +62-85275315535, email: ratu_fazlia@unsyiah.ac.id

Received: July 10, 2019

Accepted: December 10, 2019

Online Published: December 31, 2019

DOI : 10.20961/jkpk.v4i3.32066

ABSTRAK

Telah dilakukan preparasi komposit lepas lambat Fe(III) dengan menggunakan kitosan dan zeolit serta evaluasi pelepasan Fe(III) dalam asam sitrat 0,33 M. Sintesis komposit dilakukan dengan memvariasikan metode pencampuran bahan dasar. Metode pencampuran pertama, dilakukan dengan mencampurkan gel kitosan, zeolit, dan larutan Fe secara bersamaan (komposit A), metode yang kedua dengan mencampurkan gel kitosan dengan larutan Fe dan diaduk kemudian ditambahkan zeolit (komposit B), dan metode ketiga dengan mengaduk zeolit dengan larutan Fe kemudian ditambah gel kitosan (komposit C). Karakterisasi komposit dilakukan dengan spektrofotometer inframerah (FTIR), difraksi sinar-X (XRD), dan SEM. Uji pelepasan dalam asam sitrat 0,33 M menunjukkan bahwa urutan pelepasan Fe(III) dari yang tercepat berturut-turut yaitu kitosan-Fe, komposit A, komposit B, komposit C, zeolite-Fe dengan nilai k sebesar 0,049 mg/g; 0,016 mg/g; 0,015 mg/g; 0,011 mg/g; dan 0,006 mg/g. Hasil foto SEM memperlihatkan permukaan yang kasar yang diperkirakan sebagai zeolit-Fe yang tidak terlapsi oleh kitosan. Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa komposit kitosan-zeolit-Fe dapat digunakan sebagai komposit lepas lambat Fe(III), tetapi perbedaan metode pencampuran bahan dasar tidak berpengaruh terhadap sifat lepas lambat Fe(III).

Kata Kunci: kitosan, zeolit, komposit, sistem lepas lambat

ABSTRACT

Preparation of an Fe(III) slow-release materials using chitosan and zeolite and evaluation of their release behavior in the 0.33 M citric acid has been done. The composite synthesis was carried out by varying the method of mixing basic ingredients. The first method was done by mixing chitosan gel, zeolite and Fe solution altogether (composite A). The second method was done by mixing chitosan gel with Fe solution and stirring, after that adding zeolite (composite B). The last method was done by interacting zeolite with Fe solution then stirring and then adding chitosan gel (composite C). The structure of the composite was characterized using an infrared spectrophotometer (FTIR), X-Ray diffractometer (XRD), and SEM. Evaluation of release in the citric acid 0.33 M for composite showed that the order of release of Fe(III) from the fastest was chitosan-Fe, composite A, composite B, composite C, zeolite-Fe with values of k are 0.049 mg/g; 0.016 mg/g; 0.015 mg/g; 0.011 mg/g; and 0.006 mg/g, respectively. The SEM images of composite

showed rough surface morphology of composites due to the presence of zeolite-Fe which was not coated by the chitosan framework. Thus, it can be concluded that the chitosan-zeolite-Fe composite can be used as a Fe(III) slow-release composite but the variation of mixing method of the materials does no effect on the Fe(III) slow-release properties.

Keywords: *chitosan, zeolite, composite, slow release*

PENDAHULUAN

Unsur Fe merupakan mikronutrisi yang memiliki peranan penting bagi tanaman. Unsur Fe terlibat dalam proses fotosintesis, respirasi mitokondria, asimilasi nitrogen, biosintesis hormon, osmoproteksi, dan pertahanan terhadap patogen [1]. Unsur Fe merupakan unsur yang jumlahnya melimpah di permukaan bumi, namun tidak semua Fe tersebut dapat terlarut dalam air. Unsur Fe di dalam tanah ditemukan dalam bentuk Fe oksida (geotit, hematit, ferrihidrit) yang memiliki nilai Ksp sangat rendah 10^{-37} - 10^{-44} [2]. Tanaman membutuhkan Fe sebanyak 10^{-8} - 10^{-4} M, namun Fe yang dapat terlarut hanya 10^{-17} M [3]. Jumlah Fe yang tidak cukup tersedia bagi tanaman dapat menyebabkan kekurangan besi yang disebut klorosis besi.

Telah banyak metode yang digunakan dalam rangka mencegah dan mengatasi terjadinya klorosis besi pada tanaman seperti pemupukan langsung pada akar tanaman menggunakan pupuk garam Fe seperti FeSO_4 , menyemprotkan langsung larutan pupuk pada daun, maupun menambahkan pengkelat di dekat akar tanaman yang bertujuan untuk mengikat Fe dari dalam tanah [4], [5]. Namun ketiga metode pemupukan tersebut memiliki kelemahan. Pemanfaatan pemupukan langsung pada akar dengan menggunakan garam terlarut seperti FeSO_4 sebagai pupuk mikronutrisi menyebabkan

masalah serius terhadap lingkungan seperti polusi air dan pencucian nutrisi oleh air [4]. Pupuk yang baik seharusnya tahan lama, mampu meningkatkan kesuburan tanah melalui penggunaan yang berulang-ulang, dapat melepaskan nutrisi sebanyak yang diperlukan tanaman, menghilangkan polusi dan mengurangi ketidakefisienan penggunaan pupuk [5]. Pemanfaatan FeSO_4 ternyata memiliki kelemahan diantaranya kelarutan di dalam air yang tinggi, sehingga efisiensinya rendah. Metode pemupukan dengan menyemprotkan langsung larutan pupuk pada tanaman juga memiliki kendala karena daun memiliki lapisan kutikula (lapisan lilin) yang dapat menghambat teradsorbnya Fe ke dalam sistem tanaman. Selain itu unsur juga akan sangat mudah tercuci oleh air hujan. Sedangkan pemberian pengkelat Fe pada tanah jarang dilakukan para petani karena memiliki harga yang relatif mahal dan juga jumlah pengkelat yang digunakan harus dalam jumlah banyak [4].

Pupuk yang baik yaitu pupuk yang kelarutan ion nutrisinya dikontrol oleh akar tanaman. Salah satu aktivitas akar tanaman yaitu melakukan sekresi asam-asam organik yang dapat membentuk kelasi dengan ion logam di dalam tanah serta menjamin ketersediaan ion nutrisi bagi akar tanaman [5]. Ketersediaan ion nutrisi dapat diuji dan dilihat kelarutannya di dalam asam organik. Ion nutrisi pada pupuk diharapkan memiliki

kelarutan yang rendah dalam air [4], tetapi mampu menjamin ketersediaannya bagi tanaman melalui kelarutan yang tinggi dalam asam organik, seperti asam sitrat dan oksalat. Pupuk jenis ini dikenal sebagai "*slow release fertilizer* (SRF)".

Kitosan merupakan senyawa hasil deasetilasi kitin, terdiri dari unit N-asetil glukosamin dan N-glukosamin. Kitosan juga merupakan polimer yang kelimpahannya kedua terbanyak di alam setelah selulosa. Adanya gugus reaktif $-NH_2$ dan gugus $-OH$ pada kitosan bermanfaat dalam aplikasinya yang luas. Pemanfaatan kitosan dalam mengendalikan pupuk lepas lambat mikro-nutrisi memang belum pernah dikembangkan. Namun, kitosan banyak digunakan sebagai matriks pembentukan hidroksida dan oksida Fe karena adanya gugus aktif $-NH_2$ dan $-OH$ dalam rantai polimernya [6]-[8].

Zeolit merupakan material alumino silikat yang memiliki kapasitas pertukaran kation yang tinggi [9]. Ion mikronutrisi dapat disimpan dalam kerangka zeolit melalui pertukaran kation, dengan menggantikan posisi kation tukar dalam zeolit [10].

Pencampuran gel kitosan, zeolit dan larutan Fe diharapkan dapat menghasilkan komposit yang bersifat lepas lambat Fe. Kitosan dapat larut dalam asam lemah seperti asam asetat menjadi gel namun tidak dapat larut dalam air. Sedangkan berdasarkan sifat zeolit yang sebagian besar tersusun atas ikatan kovalen dan memiliki struktur yang kristalin menyebabkan kecenderungan bagi zeolit untuk terdispersi dalam sistem air. Perbedaan interaksi antara Fe di dalam matriks kitosan dan zeolit memungkinkan terjadinya perbedaan sifat pelepasan Fe dari

kitosan-Fe dan zeolit-Fe. Kitosan dapat mengikat Fe melalui ikatan koordinasi dengan gugus aktif kitosan $-NH_2$ dan $-OH$. Dalam komposit, Fe diidentifikasi berada dalam kitosan dan zeolit sebagai kitosan-Fe dan zeolit-Fe. Dengan demikian, kitosan dan zeolit dapat digunakan untuk mengendalikan pelepasan Fe dari komposit.

Proses pencampuran bahan dasar dalam pembuatan komposit merupakan suatu proses dispersi penyusun komposit yang dimungkinkan berpengaruh terhadap sifat pelepasan Fe. Penelitian yang dilakukan [11] memvariasikan metode pencampuran komposit yaitu metode core-shell dan metode campuran homogen. Oleh karena itu, dalam proses sintesis komposit kitosan-zeolit-Fe dilakukan variasi metode pencampuran bahan dasar dari komposit. Metode pencampuran pertama, dilakukan dengan mencampurkan gel kitosan, suspensi zeolit, dan larutan Fe secara bersamaan (komposit A), metode yang kedua dilakukan dengan mencampurkan gel kitosan dengan larutan Fe dan diaduk kemudian pada campuran tersebut ditambahkan suspensi zeolit (komposit B), dan metode yang ketiga dilakukan dengan menginteraksikan suspensi zeolit dengan larutan Fe lalu diaduk kemudian ditambah gel kitosan (komposit C). Tujuan dari variasi metode pencampuran bahan dasar tersebut yaitu untuk melihat apakah metode pencampuran menentukan sifat pelepasan Fe dari komposit. Berdasarkan latar belakang tersebut maka pada penelitian ini akan dibuat komposit Fe-kitosan-zeolit berbahan dasar zeolit alam dan kitosan serta karakterisasi komposit dengan menggunakan FTIR, XRD, dan SEM.

METODE PENELITIAN

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah zeolit alam dari Klaten (200 mesh), kitosan *flake* produksi *Ocean Fresh* (DD>80%), serta bahan-bahan kimia produksi Merck yang meliputi NaOH 1 M, CH₃COOH 2%, FeSO₄·7H₂O 0.5 M, KSCN 1 M, HCl 4 M dan asam sitrat 0.33 M, serta akuades (Lab. Kimia Dasar FMIPA UGM).

Peralatan yang digunakan di dalam penelitian ini terdiri dari dua kelompok yaitu alat preparasi dan alat analisis. Alat preparasi antara lain peralatan laboratorium dari gelas dan plastik, oven, *syringe*, lumpang, alu, pengaduk magnet, penyaring Buchner, neraca analitik, pengayak 200 mesh, pH meter, spektrofotometer UV-Vis. Alat analisis yang digunakan yaitu FTIR, XRD, dan SEM.

1. Sintesis komposit kitosan-zeolit

Sebanyak 1 g kitosan ditambahkan 30 mL asam asetat 2% lalu diaduk hingga kitosan larut membentuk gel. Sebanyak 3 g zeolit (200 mesh) didispersikan dalam 10 mL akuades sehingga diperoleh suspensi zeolit. Selanjutnya gel kitosan, suspensi zeolit, dan 6 mL larutan FeSO₄·7H₂O 0,5 M dicampur secara bersamaan, diaduk selama 10 menit. Campuran yang diperoleh kemudian diteteskan dengan menggunakan *syringe* dalam larutan NaOH 1 M, sehingga diperoleh komposit A bentuk granula (dimodifikasi dari [12] [13] [14]). Cara kerja yang sama dilakukan untuk memperoleh komposit B dan komposit C, hanya berbeda dalam prosedur pencampuran bahan yang digunakan.

Komposit B diperoleh melalui prosedur gel kitosan ditambahkan larutan FeSO₄·7H₂O terlebih dahulu dan diaduk, kemudian ditam-

bahkan suspensi zeolit lalu diaduk lagi. Komposit C diperoleh melalui prosedur suspensi zeolit ditambahkan ke dalam larutan FeSO₄·7H₂O dan diaduk, kemudian ditambahkan gel kitosan lalu diaduk lagi.

Campuran perlu diteteskan kedalam larutan NaOH agar proses pematangan komposit menjadi sempurna karena terjadi penetralan gugus -NH₃⁺ gel kitosan oleh basa [14]. Selain itu, basa NaOH dengan Fe³⁺ akan membentuk kluster Fe(OH)₃ dalam matriks kitosan.

Komposit yang diperoleh kemudian dicuci dengan akuades. Komposit kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 50°C selama 24 jam sehingga ion Fe(II) teroksidasi menjadi Fe(III). Komposit yang diperoleh kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan FTIR, XRD, TGA dan SEM.

Sebagai pembandingan, disintesis juga kitosan-Fe dan zeolit-Fe. Sebanyak 1 g kitosan ditambahkan 30 mL asam asetat 2% lalu diaduk hingga kitosan larut membentuk gel. Ke dalam gel kitosan ditambahkan 10 mL akuades dan 6 mL larutan FeSO₄·7H₂O 0,5 M dan diaduk selama 10 menit. Campuran kemudian diteteskan dalam larutan NaOH 1 M, sehingga diperoleh kitosan-Fe. Kitosan-Fe yang diperoleh dicuci dengan akuades, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 50°C selama 24 jam.

Sebanyak 3 g zeolit (200 mesh) didispersikan dalam 10 mL akuades kemudian ditambahkan ke dalam 60 mL larutan FeSO₄·7H₂O 0,5 M. Ke dalam suspensi tersebut kemudian ditambahkan 30 mL akuades dan diaduk selama 10 menit. Suspensi tersebut kemudian disaring sehingga zeolit terpisah dari filtrat. Zeolit-Fe yang kemudian

dikeringkan dalam oven pada suhu 50°C selama 24 jam.

2. Uji lepas lambat komposit dalam medium larutan asam sitrat

Sebanyak 0,1 g dari masing-masing komposit, kitosan-Fe, dan zeolit-Fe dimasukkan dalam wadah berbeda. Ke dalam masing-masing wadah kemudian dimasukkan larutan asam sitrat 0,33 M dan akuades. Alasan dilakukannya pengujian dalam sistem asam sitrat dikarenakan akar tanaman mampu mengsekresikan asam organik seperti asam sitrat sebagai pengkhelet dalam membantu penyerapan nutrisi dari dalam tanah. Sedangkan penggunaan konsentrasi asam sitrat 0,33 M merujuk pada penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh [5]. Campuran tersebut dikocok dan diambil sampel larutannya pada selang waktu tertentu untuk mengamati jumlah Fe(III) yang dilepaskan. Ion Fe(III) yang terekstraksi dikomplekskan dengan KSCN 1 M dan HCl 4 M selanjutnya dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Karakterisasi menggunakan FTIR

Zeolit, kitosan, dan semua komposit dari variasi metode pencampuran dikarakterisasi menggunakan spektroskopi FTIR dan difraksi sinar-X. Karakterisasi menggunakan spektroskopi FTIR bertujuan untuk mengamati gugus fungsi dalam kitosan, zeolit, dan komposit. Jenis mineral yang terkandung dalam zeolit dan kristalinitas kitosan serta komposit dikarakterisasi menggunakan difraktometer sinar-X.

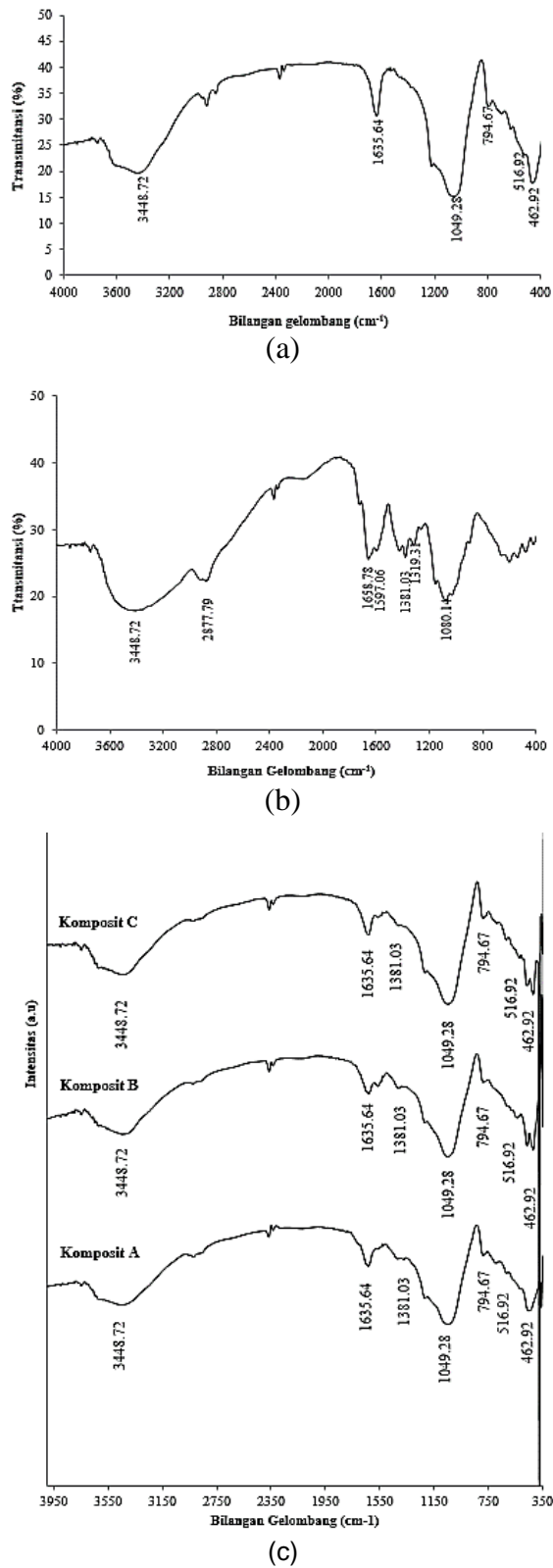
Gambar 1 menunjukkan puncak karakteristik serapan vibrasi tekuk T-O zeolit (450

cm⁻¹), vibrasi ulur jaringan eksternal T-O zeolit (794 cm⁻¹), vibrasi ulur asimetri T-O zeolit (1049 cm⁻¹), dan vibrasi tekuk –OH molekul air (1635 cm⁻¹) zeolit muncul dalam semua komposit. Kemunculan puncak karakteristik pada spektra komposit A, B, dan C sesuai dengan hasil yang diperoleh [15] yang menyatakan bahwa puncak serapan vibrasi tekuk T-O zeolit (467 cm⁻¹), dan puncak serapan pada bilangan gelombang 795 cm⁻¹ dan 1069 cm⁻¹ diindikasikan sebagai vibrasi ulur jaringan eksternal T-O yang teramati pada semua spektra komposit kitosan-zeolit dengan masa zeolit yang lebih banyak daripada masa kitosan.

Keberadaan molekul air dalam komposit didukung dengan keberadaan puncak serapan vibrasi tekuk –OH (1635 cm⁻¹). Hal ini bersesuaian dengan hasil yang diperoleh oleh [15] yang menyatakan bahwa puncak serapan 3418 cm⁻¹ teramati dalam spektra komposit kitosan-zeolit. Adanya interaksi hidrogen yang dibentuk antara gugus –OH permukaan zeolit dengan gugus –OH dan –NH kitosan dalam komposit zeolit-kitosan [16], [17]. Interaksi hidrogen ini kurang dapat teramati dengan baik pada spektra komposit dan hanya dapat diperkirakan dari ketidakhadiran serapan vibrasi –NH kitosan pada bilangan gelombang 1597 cm⁻¹.

Spektra inframerah dari komposit A, B, dan C telah menunjukkan keberadaan gugus karakteristik zeolit (gugus TO₄, gugus –OH dari silanol, aluminol, dan molekul air) serta keberadaan gugus karakteristik kitosan (gugus hidroksi, gugus amina, dan gugus C-H). Hal ini mengindikasikan bahwa spektra komposit hasil variasi metode pencampuran yaitu komposit A, B, dan C memiliki kesama-

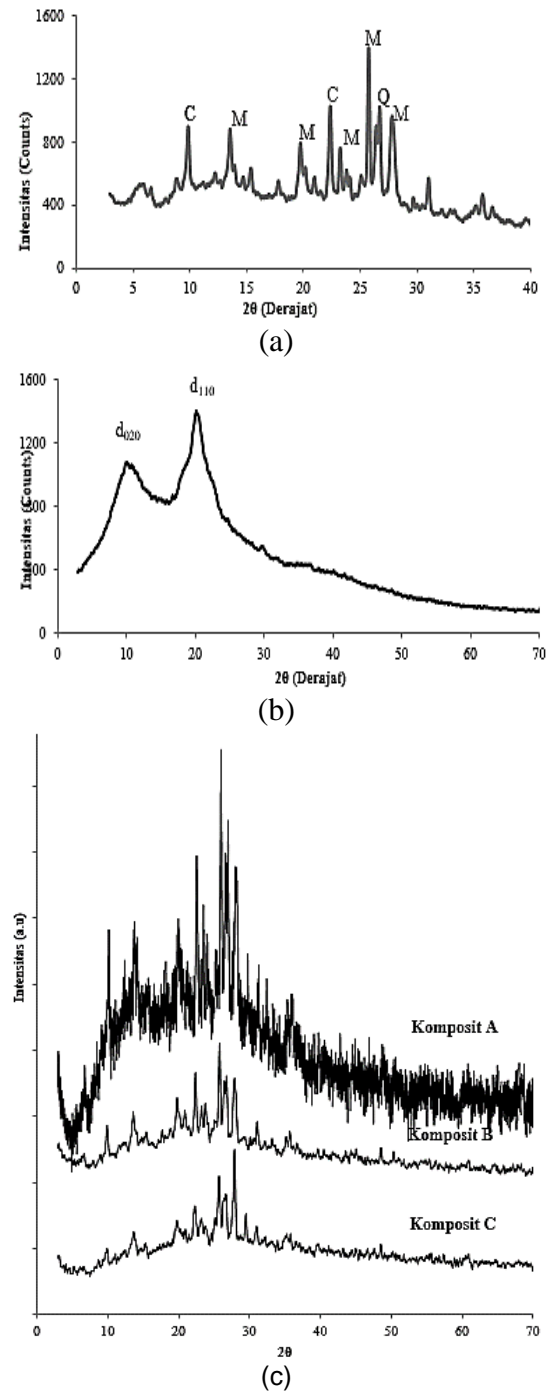
an puncak serapan dengan intensitas yang relatif sama.



Gambar 1. Spektra inframerah: (a) zeolit; (b) kitosan; dan (c) komposit.

2. Karakterisasi Difraktometer Sinar-X

Karakterisasi difraksi sinar-X dilakukan pada zeolit, kitosan dan semua komposit dari variasi metode pencampuran. Difraktogram zeolit, kitosan, dan komposit variasi metode pencampuran ditampilkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Difraktogram XRD: (a) zeolit, (b) kitosan; dan (c) komposit (C= klinoptilolit, M= Mordenit, Q= Kuarsa)

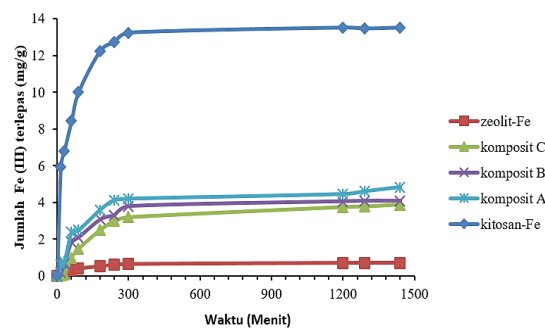
Difraktogram komposit A, B, dan C menunjukkan kesesuaian dengan difraktogram zeolit. Oleh karena itu, puncak 2θ mineral zeolit teramati pada difraktogram komposit. Kesesuaian difraktogram ini dapat dipahami karena dominasi jumlah zeolit pada komposit. Komposit memiliki struktur semikristalin, dimana kitosan berkontribusi terhadap sifat amorf dan zeolit berkontribusi terhadap sifat kristalin. Sehingga dapat disimpulkan bahwa pencampuran kitosan dan zeolit membentuk komposit memunculkan sifat kristalinitas kitosan dan zeolit dalam komposit. Selain itu, pada difraktogram XRD komposit tidak teramati munculnya puncak baru yang mengindikasikan bahwa spesi Fe pada rantai kitosan dalam bentuk amorf (JCPDS 13-534, 24-72, 28-42, 25-1402, 29-713, 13-157).

3. Kajian pengaruh metode pencampuran kitosan-zeolit-Fe.

Kitosan dan zeolit sama-sama memiliki kemampuan untuk mengikat Fe. Kitosan dapat mengikat Fe(III) secara koordinasi, sedangkan zeolit dapat mengikat Fe(III) melalui mekanisme pertukaran kation. Pada kitosan, keberadaan gugus aktif amina ($-\text{NH}_2$) ataupun hidroksida ($-\text{OH}$) menyebabkan partikel Fe terdistribusi di seluruh jaringan kitosan. Sedangkan pada zeolit, ion Fe(III) akan menggantikan posisi kation tukar dan berinteraksi secara elektrostatis dengan sisi aktif dalam kerangka zeolit. Pengaruh metode pencampuran kitosan-zeolit-Fe dikaji dengan melihat pelepasan Fe(III) pada komposit dan karakterisasi SEM untuk mengetahui morfologi permukaan komposit dalam kaitannya mendukung prediksi pelepasan Fe.

4. Kajian pelepasan Fe(III) untuk komposit kitosan-zeolit-Fe

Komposit A, B, dan C yang didapatkan kemudian diuji pelepasan Fe dalam larutan asam organik, yaitu asam sitrat 0,33 M. Jumlah Fe(III) yang dilepaskan oleh komposit kitosan-zeolit-Fe dalam asam sitrat 0,33 M ditampilkan dalam Gambar 3.



Gambar 3. Pelepasan Fe(III) dari komposit dalam medium larutan asam sitrat 0,33M

Hasil evaluasi pelepasan Fe(III) pada Tabel 1 terlihat bahwa kitosan-Fe memiliki nilai laju pelepasan (k) yang lebih besar daripada zeolit-Fe. Nilai k yang besar pada kitosan-Fe menandakan ion Fe(III) paling cepat dilepas dari kitosan-Fe, sedangkan nilai k yang kecil pada zeolit-Fe menandakan pelepasan ion Fe(III) yang lambat. Dengan demikian dapat dikatakan bahwa jumlah Fe yang dilepaskan dari kitosan-Fe lebih banyak daripada yang dilepaskan zeolit-Fe. Nilai k yang dimiliki komposit A, B, dan C berada diantara kitosan dan zeolit. Hal ini mengindikasikan bahwa komposit melepaskan Fe(III) lebih lambat dari kitosan-Fe, namun lebih cepat dari zeolit-Fe.

Fe(III) yang dilepaskan komposit lebih lambat dari kitosan-Fe mengasumsikan bahwa zeolit-Fe yang tidak tertutupi kitosan terdapat di permukaan kitosan, sehingga

interaksi kitosan dengan pelarut menjadi berkurang dan Fe(III) yang dilepas lambat. Hal ini mungkin dikarenakan jumlah kitosan yang lebih sedikit dibandingkan jumlah zeolit (1:3) di dalam komposit. Akibatnya, kitosan tidak mampu menutupi zeolit-Fe secara efektif. Komposit lebih cepat melepas Fe(III) dibandingkan zeolit-Fe diasumsikan karena terdapat Fe(III) dari kitosan-Fe pada komposit yang terlepas. Prediksi ini dapat diklarifikasi dari hasil foto SEM komposit variasi masa zeolit.

Tabel 1. Evaluasi jumlah Fe(III) yang dilepaskan dalam larutan asam sitrat.

Komposit	Jumlah Maksimal Fe(III) terlepas (mg/g)	% Efisiensi pelepasan Fe(III)	k (mg/jam)
Kitosan-Fe	109,80	71,27	0,049
Komposit A	21,15	40,28	0,016
Komposit B	27,24	39,98	0,015
Komposit C	27,08	27,80	0,011
Zeolit-Fe	4,89	25,08	0,006

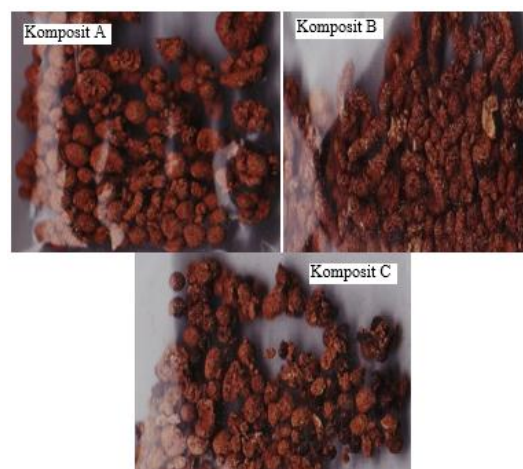
Nilai k dan efisiensi pelepasan Fe(III) yang dimiliki oleh komposit A, B, dan C memiliki nilai yang tidak jauh berbeda. Hasil ini menunjukkan bahwa metode pencampuran bahan dasar tidak berpengaruh terhadap sifat lepas lambat Fe dari komposit dalam asam sitrat 0,33 M. Dari hasil uji pelepasan Fe(III) dalam medium asam sitrat 0,33 M juga memberikan informasi mengenai sistem dalam komposit.

Metode pencampuran pertama, dilakukan dengan mencampurkan gel kitosan, suspensi zeolit, dan larutan Fe secara bersamaan (komposit A). Pada metode pencampuran A diasumsikan bahwa sistem makroskopis pada komposit adalah kitosan

menutupi zeolit. Di dalam asam sitrat, sistem dari komposit A memungkinkan Fe yang berasal dari kitosan-Fe akan lebih mudah terlepas, dibandingkan zeolit-Fe. Hal ini dikarenakan kitosan memiliki stabilitas yang rendah di dalam asam organik karena keberadaan gugus $-NH_2$ [18].

Metode pencampuran yang kedua dilakukan dengan mencampurkan gel kitosan dengan larutan Fe terlebih dahulu dan diaduk, kemudian pada campuran tersebut ditambahkan suspensi zeolit dan diaduk lagi. Komposit yang diperoleh dinamakan komposit B.

Pada metode pencampuran B diasumsikan bahwa sistem makroskopis di dalam komposit yang dihasilkan terjadi penutupan kitosan oleh zeolit. Metode pencampuran yang ketiga dilakukan dengan menginteraksikan suspensi zeolit dengan larutan Fe terlebih dahulu dan diaduk, selanjutnya ditambah gel kitosan kemudian diaduk lagi. Komposit yang dihasilkan dinamakan komposit C. Untuk metode pencampuran C diasumsikan bahwa sistem makroskopis pada komposit yang dihasilkan terjadi penutupan zeolit oleh kitosan.



Gambar 4. Foto komposit hasil variasi metode pencampuran.

Adapun foto komposit hasil dari variasi metode pencampuran bahan dasar tidak memperlihatkan adanya perbedaan warna (Gambar 4).

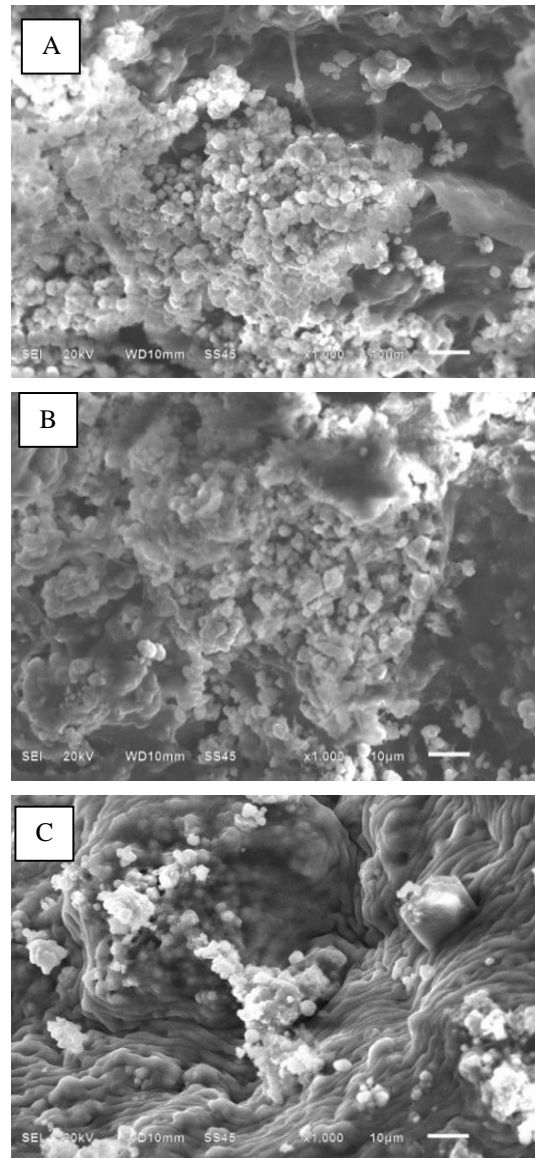
Selain dalam medium asam sitrat 0,33 M, sifat pelepasan Fe(III) dari komposit A, B, dan C juga diamati di dalam aquades. Pengujian pelepasan kitosan-Fe dan komposit di dalam aquades teramati kurang dari 5% Fe(III) yang terlepas, sedangkan Fe(III) yang terlepas dari zeolit-Fe teramati sekitar 23,17%. Pelepasan Fe(III) dari komposit A, B, dan C dalam medium air tidak menunjukkan perbedaan. Jumlah Fe(III) yang banyak dilepaskan dalam medium asam sitrat 0,33 M dan sedikit dilepaskan dalam medium aquades memungkinkan komposit kitosan-zeolit dapat digunakan sebagai pupuk lepas lambat Fe(III). Sehingga dapat disimpulkan bahwa komposit yang disintesis dari kitosan-zeolit-Fe memiliki sifat lepas lambat.

5. Karakterisasi menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM)

Karakterisasi menggunakan SEM bertujuan untuk mengetahui morfologi komposit dalam kaitannya mendukung prediksi pelepasan Fe dan sistem yang dibentuk oleh kitosan-zeolit. Dengan mengetahui sistem dalam komposit, maka akan dapat diprediksi sifat pelepasan Fe(III) dalam komposit. Morfologi permukaan komposit variasi metode pencampuran dapat diamati pada Gambar 5.

Foto SEM komposit A (Gambar 5A) memperlihatkan morfologi yang hampir sama dengan komposit B (Gambar 5B). Morfologi permukaan komposit A dan B memperlihatkan permukaan yang kasar yang diperkirakan sebagai zeolit-Fe yang tidak terlapsi oleh

kitosan. Pada morfologi permukaan komposit C (Gambar 5C) terlihat zeolit-Fe yang tidak tertutupi kitosan tidak sebanyak yang terlihat pada komposit A dan B.



Gambar 5. Foto SEM : (A) komposit A; (B) komposit B ; dan (C) komposit C.

Adanya zeolit-Fe yang terlihat di permukaan kitosan mengindikasikan bahwa masa kitosan yang lebih sedikit dari masa zeolit tidak dapat menutupi zeolit-Fe secara efektif, sehingga zeolit-Fe yang berlebih tersebar di permukaan kitosan. Adanya zeolit-Fe yang berlebih di permukaan kitosan

akan mengurangi interaksi pendesolusi dengan kitosan pada saat pelarutan komposit yang mungkin akan menyebabkan pelepasan Fe menjadi lambat. Dengan demikian dapat diprediksi sifat pelepasan dari komposit di dalam air yaitu komposit A lebih cenderung cepat melepas Fe daripada komposit B dan C, sedangkan komposit C yang paling lambat melepas Fe.

KESIMPULAN

Berdasarkan uraian yang telah dijelaskan dapat disimpulkan bahwa perbedaan metode pencampuran bahan dasar tidak berpengaruh terhadap sifat lepas lambat pelepasan Fe(III). Hasil evaluasi pelepasan Fe(III) dalam asam sitrat diketahui bahwa Nilai k yang dimiliki komposit A, B, dan C berada diantara kitosan dan zeolit yang mengindikasikan bahwa komposit melepaskan Fe(III) lebih lambat dari kitosan-Fe, namun lebih cepat dari zeolit-Fe sehingga komposit kitosan-zeolit dapat digunakan sebagai pupuk lepas lambat Fe(III). Adapapun berdasarkan hasil SEM terlihat bahwa pada komposit A, B, C, kitosan tidak mampu menutupi zeolit-Fe secara efektif.

DAFTAR RUJUKAN

- [1] R. Hänsch & R. R. Mendel, "Physiological functions of mineral micronutrients (Cu, Zn, Mn, Fe, Ni, Mo, B, Cl)," *Curr. Opin. Plant Biol.*, vol. 12, no. 3, pp. 259–266, 2009.
- [2] U. Schwertmann & T. U. Miinchen, "Solubility and dissolution of iron oxides," pp. 1–25, 1991.
- [3] S. Mori, "Iron acquisition by plants," *Curr. Opin. Plant Biol.*, vol. 2, no. 3, pp. 250–253, 1999.
- [4] I. Bhattacharya, S. Bandyopadhyay, C. Varadachari, & K. Ghosh, "Development of a Novel Slow-Releasing Iron–Manganese Fertilizer Compound," *Ind. Eng. Chem. Res.*, vol. 46, no. 9, pp. 2870–2876, 2007.
- [5] P. K. Chandra, K. Ghosh, & C. Varadachari, "A new slow-releasing iron fertilizer," *Chem. Eng. J.*, vol. 155, no. 1–2, pp. 451–456, 2009.
- [6] S. Kalarical Janardhanan, I. Ramasamy, & B. U. Nair, "Synthesis of iron oxide nanoparticles using chitosan and starch templates," *Transit. Met. Chem.*, vol. 33, no. 1, pp. 127–131, 2008.
- [7] Y. Wang, Æ. B. Li, & Æ. Y. Zhou, "In Situ Mineralization of Magnetite Nanoparticles in Chitosan Hydrogel," pp. 1041–1046, 2009.
- [8] V. U. Dinhthao, L. I. Xiang, & W. Ce, "Adsorption of As (III) from aqueous solution based on porous magnetic / chitosan/ ferric hydroxide microspheres prepared via electrospraying," vol. 678, no. lii, pp. 1–8, 2013.
- [9] F. A. Mumpton, "La roca magica: Uses of natural zeolites in agriculture and industry," *Proc. Natl. Acad. Sci.*, vol. 96, no. 7, pp. 3463–3470, 1999.
- [10] M. G. Valdés, A. I. Pérez-Cordoves, & M. E. Díaz-García, "Zeolites and zeolite-based materials in analytical chemistry," *TrAC-Trends Anal. Chem.*, vol. 25, no. 1, pp. 24–30, 2006.
- [11] M. Adlim, F. Zarlaida, R. F. I. Rahmayani, & R. Wardani, "Preparation and characterization natural rubber-urea-tablets coated by chitosan," *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, vol. 380, no. 1, 2018.
- [12] J. Liu, X. Chen, Z. Shao, & P. Zhou, "Preparation and Characterization of Chitosan/Cu(II) Affinity Membrane for Urea Adsorption," *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 90, no. 4, pp. 1108–1112, 2003.
- [13] J. J. Perez & N. J. Francois, "Chitosan-starch beads prepared by ionotropic gelation as potential matrices for controlled release of fertilizers," *Carbohydr. Polym.*, vol. 148, pp. 134–142, 2016.

- [14] M. Arora, N. K. Eddy, K. A. Mumford, Y. Baba, J. M. Perera, & G. W. Stevens, "Surface modification of natural zeolite by chitosan and its use for nitrate removal in cold regions," *Cold Reg. Sci. Technol.*, vol. 62, no. 2–3, pp. 92–97, 2010.
- [15] E. S. Dragan, M. V. Dinu, & D. Timpu, "Preparation and characterization of novel composites based on chitosan and clinoptilolite with enhanced adsorption properties for Cu²⁺," *Bioresour. Technol.*, vol. 101, no. 2, pp. 812–817, 2010.
- [16] W. Yuan, H. Wu, B. Zheng, X. Zheng, Z. Jiang, X. Hao, & B. Wang, "Sorbitol-plasticized chitosan/zeolite hybrid membrane for direct methanol fuel cell," *J. Power Sources*, vol. 172, no. 2, pp. 604–612, 2007.
- [17] H. Wu, B. Zheng, X. Zheng, J. Wang, W. Yuan, & Z. Jiang, "Surface-modified Y zeolite-filled chitosan membrane for direct methanol fuel cell," *J. Power Sources*, vol. 173, no. 2 SPEC. ISS., pp. 842–852, 2007.
- [18] Q. S. Zhao, X. J. Cheng, Q. X. Ji, C. Z. Kang, & X. G. Chen, "Effect of organic and inorganic acids on chitosan/glycerophosphate thermo-sensitive hydrogel," *J. Sol-Gel Sci. Technol.*, vol. 50, no. 1, pp. 111–118, 2009.